

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 09.02.77 (21) 2450434/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 25.07.79. Бюллетень № 27

Дата опубликования описания 28.07.79

(11) 674981

(51) М. Кл.<sup>2</sup>

С 01 В 31/04  
В 01 Я 13/00  
С 09 С 1/46

(53) УДК 661.666.2  
(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

П.А. Пшеничкин, М.В. Семенов, Г.Н. Топоров, В.И. Виноградов  
и Р.А. Елисеева

(71) Заявитель

18 OCT 1979

SCIENCE LIBRARY

### (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОЛЛОИДНО-ГРАФИТОВОГО ПРЕПАРАТА ДЛЯ ПОКРЫТИЙ

Изобретение относится к технологии получения коллоидно-графитовых препаратов для токопроводящих покрытий на стеклянных деталях фотоприемников, экранах цветных кинескопов, оптических фильтров корректирующих линз и может использоваться в радиотехнической и оптической промышленности.

Известен способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий путем окисления порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последующее добавление растворителя (ацетона) до нужной концентрации [1].

Полученный таким способом коллоидно-графитовый препарат при нанесении на различные подложки образует при высыхании токопроводящие пленки графита. Однако нанесенное графитовое покрытие обладает слабой адгезией к стеклу и другим кремнийсодержащим подложкам и отслаивается при эксплуатации во влажной атмосфере.

Наиболее близким к изобретению является способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий, включающий окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и

серной кислот, промывку и последующее добавление к окисленному графиту водного раствора соединения аммония (раствор аммиака в воде) [2].

Однако добавление водного аммиака к окисленному графиту не повышает прочности графитовой пленки к кремнийсодержащим подложкам, так как при комнатной температуре водный аммиак не реагирует с кремнийсодержащими подложками, а при нагревании улетучивается.

Цель изобретения - повышение прочности покрытия к кремнийсодержащим подложкам.

Это достигается тем, что предлагаемый способ включает окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последующее добавление к окисленному графиту раствора силиката аммония в количестве 1-20% от веса сухого окисленного графита.

Добавка силиката аммония не тормозит процесса поликонденсации, благодаря летучести продуктов реакции.

Введение в препарат силиката аммония резко повышает прочность покрытий за счет химического взаимодействия силиката аммония с окисленным

графитом, в результате чего образуется кремнийорганическое соединение, а аммонийная группа выделяется в виде аммиака.

Добавка силиката аммония свыше 20% резко снижает электропроводность покрытия, снижение же содержания силиката аммония менее 1% практически не усиливает прочность покрытия к кремнийсодержащим подложкам и не повышает стойкости покрытия во влажной атмосфере.

Пример. 80 г тайгинского обеззоленного графита (содержание золы не более 0,5%, влаги не более 0,5% уд. поверхность 300–500 м<sup>2</sup>/г) заливают при перемешивании 800 мл смеси кислот-азотной (уд. вес 1,43 г/см<sup>3</sup>) и серной (уд. вес 1,84 г/см<sup>3</sup>), взятых в соотношении 1:3 при температуре окружающей среды. После суточного отстаивания при температуре окружающей среды смесь помешают в термостат и выдерживают 3 ч при температуре 90°C.

После охлаждения смесь заливают 1 л дистиллированной воды, после чего отмывают от кислот декантацией при атмосферном давлении до плотности сливаемого раствора 1,010–1,005 г/см<sup>3</sup>.

Затем графит отмывают на воронках Бюхнера при разряжении 0,8–0,9 кгс/см<sup>3</sup>, создаваемом вакуум-насосом до исчез-

новения ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, что определяют по реакции с раствором соли бария.

Отмытый окисленный графит растворяют в 1 л дистиллированной воды при температуре окружающей среды. Концентрация полученного раствора составляет 70 г/л.

При перемешивании в полученный препарат добавляют 0,5 л силиката аммония с концентрацией 14 г/л при температуре окружающей среды и нормальном давлении.

Полученный коллоидно-графитовый препарат наносят на стекло при температуре окружающей среды до получения слоя толщиной 20 м.

Пластины с препаратом помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 3 ч при 400°C. Покрытие охлаждают до температуры окружающей среды.

Для определения прочности полученного покрытия пластины помещают в воду и выдерживают при температуре окружающей среды в течение суток. Отслаивание графита от стекла не наблюдается.

При примеру также готовят коллоидно-графитовые препараты с содержанием силиката аммония от 1 до 20%.

В таблице приведены данные испытаний коллоидно-графитовых препаратов, полученных известным и предлагаемым способами.

Способ получения коллоидно-графитового препарата	Содержание %				Свойства
	Пример	Силикат аммония	Окисленный графит	Удельное электросопротивление, ом·мм <sup>2</sup> /м	
Известный	–	100	324	Покрытие имело много трещин	
Предлагаемый	1	1	99	450	Наблюдались отдельные трещины
	2	2	98	600	Наблюдались трещины в отдельных образцах
	3	3	97	800	Трещин не наблюдалось
	4	4	96	1200	Трещин не наблюдалось
	5	5	95	2000	Трещин не наблюдалось
	6	20	80	более 10000	Трещин не наблюдалось

\*Прочность определяли после испытания покрытия на стекле в воде при комнатной температуре в течение суток.

Коллоидно-графитовый препарат, полученный по предлагаемому способу, обладает по сравнению с известным более высокой прочностью к кремнийсодержащим подложкам, которые найдут применение для замены серебра и других металлов.

5

шее добавление к окисленному графиту водного раствора соединения аммония, отличающейся тем, что, с целью повышения прочности покрытия к кремнийсодержащим подложкам, в качестве соединения аммония используют силикат аммония в количестве 1-20% от веса сухого окисленного графита.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 332044, кл. С 01 В 31/04, 29.07.68.

2. Авторское свидетельство СССР № 571435, кл. С 01 В 31/04, 23.04.76.

### Формула изобретения

Способ получения коллоидно-графитового препарата для покрытий, включающий окисление порошка графита смесью концентрированных азотной и серной кислот, промывку и последую-

10

Редактор Л. Лашкова

Составитель Т. Ильинская  
Техред Л. Алферова

Корректор Е. Лукач

Заказ 4214/16а

Тираж 590

Подписанное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

ANSWER\_4\_OF\_5 CA. COPYRIGHT 1995 ACS  
E1:159815 CA  
Colloidal graphite preparation for coatings  
Fishanichkin, P. H.; Semenov, M. V.; Toporov, G. N.; Vinogradov, V. I.;  
Eliseeva, R. A.  
USSR  
U.S.S.R.  
From: Otkrytiya, Izobret., Prom. Obraztsy, Tovarnye Znaki 1979. (27). 65.  
CCDEN: URXXAF  
PI SU-674981 790725 ✓  
AI 77SU-2450434 770209  
DT Patent  
LA Russian  
AB Title prepn. is obtained by oxidizing graphite powder with a mixt. of HNO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, washing, and then adding to the oxidized graphite an aq. soln. of an ammonium compd. The strength of adhesion of the coating to a Si-contg. substrate is increased by using ammonium silicate in an amt. 1-20% of the wt. of the dry oxidized graphite.